

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-371334

(43)Date of publication of application : 26.12.2002

(51)Int.Cl.

G22C 23/00  
B21B 3/00  
G22F 1/06  
// G22F 1/00  
G22F 1/02

(21)Application number : 2001-178711

(71)Applicant : DAIDO STEEL CO LTD

(22)Date of filing : 13.06.2001

(72)Inventor : SHINKAWA MASAKI  
ISOYAWA YUKIHIRO

(54) Mg ALLOY MATERIAL CAPABLE OF COLD WORKING AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a Mg alloy material capable of cold working, and a manufacturing method therefor.

SOLUTION: The Mg alloy material capable of cold working has the recrystallized grain sizes of 20  $\mu$  m or less. The method for manufacturing the Mg alloy material comprises sequentially solution heat treating and ageing a base metal of the Mg alloy, then subjecting it to warm plastic working at 150-350° C, and preferably further rapidly cooling it with nitrogen gas, argon gas, helium gas, or oil.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-371334  
(P2002-371334A)

(43) 公開日 平成14年12月26日 (2002. 12. 26)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 2 2 C 23/00		C 2 2 C 23/00	
B 2 1 B 3/00		B 2 1 B 3/00	L
C 2 2 F 1/06		C 2 2 F 1/06	
// C 2 2 F 1/00	6 0 4	1/00	6 0 4
	6 1 2		6 1 2
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 4 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-178711(P2001-178711)

(22) 出願日 平成13年6月13日 (2001. 6. 13)

(71) 出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72) 発明者 新川 雅樹

愛知県名古屋市中区大同町二丁目30番地

大同特殊鋼株式会社技術開発研究所内

(72) 発明者 五十川 幸宏

愛知県名古屋市中区大同町二丁目30番地

大同特殊鋼株式会社技術開発研究所内

(74) 代理人 100090022

弁理士 長門 侃二

(54) 【発明の名称】 冷間加工が可能なMg合金材、その製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 冷間加工が可能なMg合金材とその製造方法を提供する。

【解決手段】 再結晶粒の粒径が20μm以下になっている冷間加工が可能なMg合金材が提供され、このMg合金材は、Mg合金の地金に溶体化処理と時効処理を順次行い、ついで温度150～350℃で温間塑性加工を行い、好適には更に続けて、窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス、または油冷で急冷することによって製造される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 再結晶粒の粒径が $20\mu\text{m}$ 以下になっていることを特徴とする、冷間加工が可能なMg合金材。

【請求項2】 Mg合金の地金に溶体化処理と時効処理を順次行い、ついで温間塑性加工を行うことを特徴とするMg合金材の製造方法。

【請求項3】 前記温間塑性加工の終了後、ただちに急冷する請求項2のMg合金材の製造方法。

【請求項4】 前記温間塑性加工は、温度 $150\sim 350^{\circ}\text{C}$ の温間域で行われる請求項2のMg合金材の製造方法。

【請求項5】 前記急冷は、窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス、または油冷で行われる請求項3のMg合金材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はMg合金材とその製造方法に関し、更に詳しくは、室温下で伸線や冷間鍛造などの冷間加工を行うことができるMg合金材と、それを製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】Mg合金は、軽量でかつ電磁波遮断性を備えているので、最近、ノート型パソコン、携帯電話機などの電子機器における筐体材料として急速にその市場が拡大している。現在、Mg合金としては、ASTMのAZ91C, AZ91D, AZ91E, AZ92A, AZ63A, AZ80, AM100A, ZK51A, ZK61A, EZ33A, QE22A, ZE41Aで規定する合金組成のものが市販されている。そして、それらは、通常、鋳造法で製造されている。

【0003】ところで、鋳造方法で製造されたMg合金の地金は、一般に、室温下における延展性や押出加工性が悪く、大きな変形を伴う塑性加工を行うことが事実上不可能である。これは、鋳造地金に生成している結晶粒の粒径が大きいからである。すなわち、Mg合金の結晶構造は六方晶であるため、その塑性変形は、粒内すべりではなく粒界すべりに基づいて発生するのであるが、結晶粒の粒径が粗大であると粒界すべりは起こりづらくなるからである。

【0004】このような問題に対しては、 $150\sim 350^{\circ}\text{C}$ の温度域で鋳造地金に一旦例えば前方押出加工を行うことの有効性が知られている。このような処置を施すと、鋳造組織における粗大な結晶粒が微細化し、そのことにより、室温下における延展性などの冷間加工性は向上すると同時に機械的特性も向上する。しかしながら、上記した処置には次のような問題がある。すなわち上記した処置の直後には、結晶粒の微細化が実現しているのであるが、これを室温下で放置しておくと、微細な結晶粒の粒成長が進行して結晶粒は再び粗大化し、冷間加工性が低下するという問題である。

【0005】一方、Mg合金の場合、析出強化型合金にしてその機械的強度を確保するために、組織内に析出物を生成させるような合金設計がなされている。したがって、鋳造後の地金に対しては、溶体化処理を行い、ついで時効処理を行って目的とする析出物を生成させるような処理が行われたのち、市販されることが多い。例えば、AZ31の場合、鋳造後に上記した処理を行って、組織内に $(\text{Al}, \text{Zn})_{23}\text{Mg}_7$ のような金属間化合物を析出させたものが市販されている。

【0006】このようなMg合金の場合、析出物の働きで結晶粒の粗大化が抑制されるとはいえ、そもそもが、鋳造時の結晶粒が粗大であるため、冷間加工性は悪いという問題がある。このように、Mg合金の場合、市販されている地金に対して直接冷間加工を行って大きな塑性変形を実現することが極めて困難であるため、冷間加工の実施に際しては当該冷間加工に先立ち何らの処理を行うことが必要となる。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、市販されているMg合金における上記した問題を解決し、そのMg合金を、例えば伸線加工のような冷間加工が可能な状態になっているMg合金材へと製造する方法と、そのような冷間加工が可能なMg合金材の提供を目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した目的を達成するための研究過程で以下のことに着目した。

(1) 結晶粒が微細化しているMg合金の冷間加工性は向上するが、その微細な結晶粒は時間経過に伴って粗大化していき、その結果として冷間加工性の低下が引き起こされる。

【0009】(2) 一方、Mg合金の組織には析出物が生成しているが、この析出物は合金強度を向上させると同時に、結晶粒における粒界のピンニング効果を発揮して結晶粒の粗大化の抑制因子として機能する。

(3) したがって、結晶粒が微細化されていると同時に、析出物が組織内に均一に分散生成しているMg合金材の場合、微細な結晶粒の粒界におけるピンニング効果により、結晶粒の微細な状態が維持され、その結果、冷間加工性は向上するものと考えられる。

【0010】本発明者らは、上記した着想に基づき、市販されているMg合金に後述する処理を行い、得られたMg合金材における再結晶粒の大きさを測定した。そして、そのMg合金材の冷間加工性を調べたところ、後述するMg合金材は冷間加工が可能であるとの事実を見出し、本発明を開発するに至った。すなわちまず、本発明の冷間加工が可能なMg合金材は、再結晶粒が $20\mu\text{m}$ 以下になっていることを特徴とする。

【0011】また、本発明においては、Mg合金の地金に溶体化処理と時効処理を順次行い、ついで温間塑性加

工を行うことを特徴とするMg合金材の製造方法、好ましくは、前記温間塑性加工の終了後、ただちに急冷するMg合金材の製造方法が提供される。

#### 【0012】

【発明の実施の形態】本発明のMg合金材は、既に市販されているMg合金の地金に対し、後述する処理を施して製造された材料である。そして、このMg合金材は、その再結晶粒の粒径が $20\mu\text{m}$ 以下になっていて、析出物が均一に分散した組織になっている。粒径が $20\mu\text{m}$ より大きいものは、その冷間加工性が低下すると同時に、0.2%耐力、引張強さ、そして伸びや絞りなどの機械的特性も低下する。

【0013】とくに、再結晶粒の粒径が $1\sim3\mu\text{m}$ のMg合金材は、伸びや絞りが良好であり、そのため、冷間での伸線も可能であるような冷間加工性を備えているので好適である。なお、ここでいう再結晶粒の粒径とは、同一試料につき、5視野以上において計数方法あるいは交差線分（粒径）による判定方法で定義される値のことをいう。

【0014】このようなMg合金材は次のようにして製造することができる。まず、出発素材として市販のMg合金を用意する。このMg合金としては、例えば鋳造直後の地金であってもよく、また、鋳造地金に温度 $150\sim350^\circ\text{C}$ で予め例えば前方押出のような処理が施されているものであってもよく、その種類は問わない。

【0015】このMg合金は、ある粒径の再結晶粒から成り、母相には所定量の析出物が存在する組織になっている。本発明では、このMg合金に対し最初に溶体化処理が施される。この過程で出発素材における析出物の全量は母相に溶解する。このときの溶体化温度は、析出物の種類、すなわちMg合金の種類によって適宜に選定されるが、概ね、 $300\sim400^\circ\text{C}$ 程度である。また、溶体化の処理時間は、最短でも析出物の全量が溶解するのに必要な時間でなければならず、それも析出物の種類によって異なるが、概ね、8時間以上であれば充分である。

【0016】次に時効処理が施される。この過程で析出物が生成し、それが母相に分散する。この析出物は、製造するMg合金材の強度特性を向上させると同時に、再結晶粒に対するピンニング効果を発揮して、後述する温間塑性加工後の室温下への放置時における粒成長を抑制する働きをする。析出物の上記した作用効果を考慮すれば、当該析出物は微細であり、しかも母相に均一に分散した状態になっていることが好ましい。

【0017】この微細な析出物を母相に均一分散させるために、本発明では、Mg合金の種類にもよるが、概ね、温度 $150\sim250^\circ\text{C}$ 、処理時間 $1\sim4$ 時間の条件による時効処理が採用される。時効処理が終了した材料に対しては、最後に、温間塑性加工が行われ、目的とするMg合金材が製造される。具体的には、温間鍛造や温間引抜き、温間押出し、または温間圧延が実施される。

【0018】この過程で、それまでは鋳造時の粗大な再結晶粒の集合状態で推移してきた組織における当該結晶粒が微細化され、組織は全体として微細結晶粒の集合組織に転化する。そして、前工程で析出した微細な析出物は上記微細結晶粒の集合組織の中に均一に分散した状態で残留する。加工して結晶粒を微細化した材料を例えば室温下に放置しておくと、一般に、結晶粒の粒成長が進行して結晶粒は粗大化していく。

【0019】しかしながら、本発明方法で得られるMg合金材の場合、温間塑性加工によって形成された微細結晶粒の集合組織の中には、ピンニング効果を発揮する微細な析出物が当該微細結晶粒の周辺に均一に分散している。そのため、個々の微細結晶粒の粒成長は析出物の働きで抑制されることになり、微細結晶粒の粗大化は進まず、全体の組織は微細結晶粒の集合組織の状態のまま維持される。その結果、このMg合金材は、冷間加工性を発揮し、同時に強度特性も向上する。

【0020】このときの微細結晶粒の粒径は、温間塑性加工時の温度と加工度で基本的には決まってくる。温度と加工度を適切に選定することにより、本発明においては、微細結晶粒の粒径を $20\mu\text{m}$ 以下に設定することが必要である。粒径が $20\mu\text{m}$ より大きくなると、得られたMg合金材の冷間加工性が低下してしまうからである。AZ31の場合、好ましい粒径は $1\sim3\mu\text{m}$ である。

【0021】そのためには、Mg合金の種類によっても異なるが、温間塑性加工時における温度は $150\sim300^\circ\text{C}$ に設定され、また加工度は相当塑性ひずみで0.3以上に設定されることが好ましい。温度が $150^\circ\text{C}$ より低温である場合は塑性加工が困難となってフレ、カケなどが発生する。また温度を $300^\circ\text{C}$ より高温にすると、加熱時および加工後の粒成長が顕著となるからである。

【0022】そして、加工温度が $150\sim300^\circ\text{C}$ の場合であっても、加工度が相当塑性ひずみが0.3より小さい場合は再結晶粒を粒径 $20\mu\text{m}$ 以下に微細化することができない。このようにして、本発明のMg合金材が製造されるが、上記した温間塑性加工後の材料に対し、温間加工後ただちに急冷することが好ましい。この急冷を行うことにより、形成された微細結晶粒の粒成長を確実に防止することができるからである。

【0023】急冷のための手段としては、格別限定されるものではなく、水冷や空冷であってもよいが、例えば $\text{N}_2$ ガスやArガスやヘリウムガスなどの不活性ガスの吹き付けによる急冷は、Mg合金材の腐食防止の点から有効である。また油冷を適用してもよい。

#### 【0024】

【実施例】(1) Mg合金材の製造

AZ31から成り、下記の前処理が施されている各種のMg合金を出発素材として用意した。

素材1：鋳造地金。

【0025】素材2：鋳造地金に対し、温度350℃で前方押出を行ったもの。

これらの素材に対し、下記条件の溶体化処理、時効処理、温間塑性加工、冷却を表1で示した態様で順次実施

してMg合金材を製造した。得られたMg合金材につき再結晶粒の粒径（平均値）を測定した。

【0026】

【表1】

	出発素材	溶体化処理		時効処理		温間塑性加工		冷却	再結晶粒の粒径 ( $\mu\text{m}$ )
		温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	時間 (hr)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	時間 (hr)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	相当塑性 ひずみ		
比較例1	素材1	実施せず		実施せず		実施せず		実施せず	83
比較例2	素材2	実施せず		実施せず		150	0.5	実施せず	22
比較例3	素材2	350	8	実施せず		150	0.5	N <sub>2</sub> ガスの吹き付け	35
実施例1	素材2	350	8	150	4	150	0.5	N <sub>2</sub> ガスの吹き付け	2
実施例2	素材2	350	8	150	4	150	0.5	大気中で放冷	3
実施例3	素材2	350	8	150	4	250	0.5	N <sub>2</sub> ガスの吹き付け	12
実施例4	素材2	350	8	150	4	250	0.5	大気中で放冷	17

【0027】各Mg合金材7個につき、0.2%耐力、伸び、絞り測定した。その結果を平均値として表2に示した。

【0028】

【表2】

	再結晶粒の粒径 ( $\mu\text{m}$ )	特性		
		0.2%耐力 (MPa)	伸び (%)	絞り (%)
比較例1	83	260	8	20
比較例2	22	310	17	35
比較例3	35	280	9	24
実施例1	2	320	24	50
実施例2	3	315	22	43
実施例3	12	310	20	41
実施例4	17	310	19	39

【0029】表1、表2から次のことが明らかである。

1) 鋳造地金である素材1は、その再結晶粒の粒径が80 $\mu\text{m}$ と大きく、伸び、絞りのいずれも小さく、冷間で伸線することはできない。

2) 比較例2と実施例2を対比すると、いずれも出発素材は同じであり、また温間塑性加工の条件は同じであるが、比較例2の再結晶粒の粒径は22 $\mu\text{m}$ であり、また絞り、伸びも小さいので、冷間加工は困難である。これに反し、温間塑性加工に先立ち溶体化処理と時効処理を

行った実施例2の場合は、再結晶粒の粒径が3 $\mu\text{m}$ と小さくなり、そのことに伴って、それぞれの特性が向上して冷間加工が可能な状態になっている。

【0030】3) 実施例1と実施例2を対比すると、冷却までの処理条件は両者とも同じである。しかし、温間塑性加工後ただちに急冷した実施例1の場合は、絞り伸び、とりわけ絞りが良好になっている。これは、温間塑性加工後に急冷を行うことの有用性を示している。

4) 比較例2、実施例1、実施例2、実施例3を対比すると、再結晶粒の粒径が20 $\mu\text{m}$ より大きい比較例2の伸びと絞りは小さく、冷間加工は困難である。

【0031】これに反し、粒径が20 $\mu\text{m}$ 以下である各実施例の伸びと絞りは大きい。そして、粒径が小さくなればなるほど、伸びと絞りは大きくなっていき、冷間加工性が向上していくことがわかる。

【0032】

【発明の効果】以上の説明で明らかなように、本発明のMg合金材は、出発素材のMg合金に溶体化処理、時効処理、温間塑性加工、そして好ましくは急冷を行うことにより再結晶粒の粒径を20 $\mu\text{m}$ 以下としているので、伸び、絞りは向上し、例えば室温下での伸線のような冷間加工を行うことができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C22F 1/00

識別記号

625

630

685

691

692

694

F I

C22F 1/00

(参考)

625

630K

685A

691B

692A

694B